

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОФИЛЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ОТРАЖЕНИЙ ОБРАЗЦОВ С БИМОДАЛЬНЫМ РАСПРЕДЕЛЕНИЕМ ПО РАЗМЕРУ ЧАСТИЦ

Бельков А.М.^{1*}, Белькова Т.Д.¹, Курлов А.С.²

¹⁾ Уральский федеральный университет имени первого Президента России
Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

²⁾ Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук,
г. Екатеринбург, Россия

*E-mail: alex199393@mail.ru

SIMULATION OF X-RAY DIFFRACTION PROFILE REFLECTIONS OF THE SAMPLES WITH A BIMODAL PARTICLE SIZE DISTRIBUTION

Bel'kov A.M.^{1*}, Bel'kova T.D.¹, Kurlov A.S.²

¹⁾ Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

²⁾ Institute of Solid State Chemistry, Ural Branch, Russian Academy of Sciences,
Yekaterinburg, Russia

The profile of X-ray diffraction peaks in the spectra of the powder mixtures was simulated. Various mixtures of microcrystalline and nanocrystalline powders of hexagonal (*sp. gr.* $P\bar{6}m2$) tungsten carbide WC were studied. According to the preliminary estimates, the profile of the Bragg reflection can determine heterogeneity of the grain size.

Существенной проблемой анализа нанокристаллических дисперсных систем является объективная оценка основных микроструктурных характеристик кристаллитов – их характерного размера (или распределения по размерам), величины остаточных микронапряжений и параметров кристаллической решетки.

Исследования методом рентгеновской дифракции, для решения части этих задач, используются повсеместно и в литературе подробно изложены методология обработки рентгеновских дифракционных спектров и используемый математический аппарат. Сформировавшиеся методы можно условно разделить на две категории – анализ интегральных характеристик профилей дифракционных отражений (чаще всего, полуширины) и анализ самих профилей отражений. Также возможны варианты исследования сразу всего дифракционного спектра (метод Ритвельда) либо отдельно каждого отражения (методы Шеррера или Вильямсона-Холла для оценки полуширины или метод Уоррена-Авербаха для анализа профиля).

Общеизвестный факт, что рентгеновский дифракционный спектр нанокристаллической дисперсной системы будет отличаться уширением дифракционных отражений, по сравнению с аналогичным для микрокристаллической системы. В литературе приведены механизмы уширения отражений и способы их учета в процессе обработки рентгеновского спектра. Рассматриваются три причины уширения: малый размер зерен (кристаллитов, частиц), микронапряжения

кристаллической решетки и неоднородность состава вещества по объему (неоднородность).

В существующих методиках обработки рентгеновских дифракционных спектров не учитывается неоднородность образца по размеру кристаллитов. Такие методы не способны количественно определить фракционный состав, или хотя бы качественно показать наличие фазы с резко отличающимся размером зерен. Таким образом, обработка рентгеновского дифракционного спектра смеси микро- и нанокристаллического порошков одного и того же вещества даст в результате средний размер областей когерентного рассеивания в нанодиапазоне, что приводит к заблуждению.

В данной работе исследуются рентгеновские дифракционные спектры смесей микро- и нанокристаллических порошков карбида вольфрама WC (пр. гр. $R\bar{3}m2$) взятых в разных соотношениях для поиска возможности количественного или качественного определения фракционного состава. По предварительным оценкам следует, что профиль отражений в рентгеновском дифракционном спектре несет в себе информацию о наличии неоднородности по размеру зерен.

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОПОРОШКОВ VC_y С РАЗНЫМ РАЗМЕРОМ ЧАСТИЦ И СОСТАВОМ

Белькова Т.Д.^{1*}, Бельков А.М.¹, Курлов А.С.²

¹⁾ Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

²⁾ Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург, Россия

*E-mail: tatyanka.vyrodova@mail.ru

PREPARATION OF VC_y NANOPOWDERS OF VARIOUS PARTICAL SIZES AND COMPOSITION

Bel'kova T.D.^{1*}, Bel'kov A.M.¹, Kurlov A.S.²

¹⁾ Ural Federal University, Yekaterinburg, Russia

²⁾ Institute of Solid State Chemistry, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, Russia

Nanocrystalline powders of nonstoichiometric disordered cubic (sp. gr. $Fm-3m$) vanadium carbide VC_y were synthesized by high-energy ball-milling and subsequent vacuum annealing. The obtained nanocrystalline powders have the particles ranging from 80 to 20 nm and different stoichiometry within its homogeneity region of $VC_{0.65}$ to $VC_{0.875}$. The nanopowders were characterized by X-ray diffraction and scanning electron microscopy.